

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-95698

(43) 公開日 平成10年(1998) 4月14日

(51) IntCl⁵

C 3 0 B 29/06
15/20
33/02

識別記号

5 0 2

F I

C 3 0 B 29/06
15/20
33/02

5 0 2 J

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願平9-214725

(22) 出願日 平成9年(1997) 8月8日

(31) 優先権主張番号 08/694157

(32) 優先日 1996年8月8日

(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 392026316

エムイーエムシー・エレクトロニック・マ
テリアルズ・インコーポレイテッド
MEMC ELECTRONIC MAT
ERIALS, INCORPORATED
アメリカ合衆国63376ミズーリ州 セン
ト・ピーターズ、パール・ドライブ501番

(72) 発明者 ハロルド・ダブリュー・コープ
アメリカ合衆国63017ミズーリ州タウン・
アンド・カントリー、ベンワース・コート
13717番

(74) 代理人 弁理士 青山 稔 (外1名)

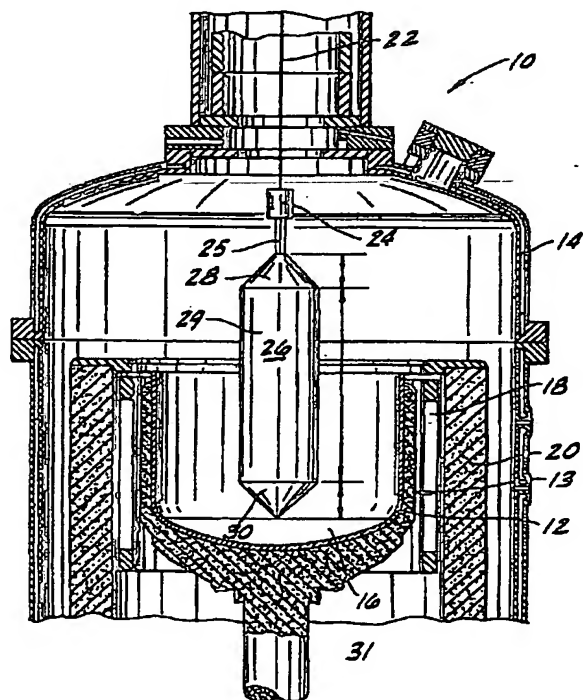
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 チョクラルスキー成長型シリコンの熱履歴を制御する方法

(57) 【要約】

【課題】 インゴットと同軸を有するルツボ中に含まれるシリコン溶融物から均一な熱履歴を持つ単結晶シリコンインゴットを生産するチョクラルスキー法を提供する。

【解決手段】 インゴットの末端コーン部の引上げ速度を、インゴットの本体部の第2半分に関する引上げ速度と同等の比較的一定な速度に維持する。結晶の末端コーン部を一定速度で引上げる間、溶融物に供給する熱量の増大、結晶回転速度の減少及び／又はルツボ回転速度の減少によって、この方法をさらに精密にしてもよい。本法に従って成長させた単結晶シリコンインゴットの本体部の第2半分は、フローパターン欠陥と析出酸素量の軸方向濃度が比較的均一である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラルスキー法に従って、コーン部、第1半分と第2半分とを持つ本体部、及び末端コーン部を連続して持つシリコンインゴットを回転させ、シリコンインゴットを、回転するルツボ内に含まれるシリコン溶融物から引き出す結晶成長工程中の単結晶シリコンインゴットの熱履歴を制御する方法であって、インゴットの本体部の第2半分の速度 R_1 でシリコン溶融物から引き出し（ここに R_1 は、時間の関数としての結晶の本体部の第2半分に関する平均成長速度を表す）、インゴットの末端コーン部を速度 R_2 でシリコン溶融物から引き出す（ここに R_2 は、時間の関数としての結晶の末端コーン部に関する平均成長速度を表す）ことからなり、 R_1 に対する R_2 の比が約0.50と約1.50の間になるように、 R_1 と R_2 を制御することを特徴とする方法。

【請求項2】 R_1 に対する R_2 の比が約0.80と約1.20の間にある請求項1に記載の方法。

【請求項3】 R_1 に対する R_2 の比が約0.95と約1.05の間にある請求項1に記載の方法。

【請求項4】 時間の関数としての末端コーン部に関する平均成長速度が約0.45mm/分～約0.55mm/分である請求項1に記載の方法。

【請求項5】 末端コーン部の成長中のルツボとインゴットの平均回転速度が、それぞれ本体部の成長中のルツボとインゴットの平均回転速度より遅い請求項1に記載の方法。

【請求項6】 末端コーン部の成長中に、インゴットの回転速度が毎分約12回転より遅く、ルツボの回転速度が毎分約8回転より遅い請求項6に記載の方法。

【請求項7】 インゴットとルツボの回転速度を末端コーン部の成長中に徐々に減少させる請求項6に記載の方法。

【請求項8】 インゴットの成長中にヒーターによってルツボを加熱し、末端コーン部の成長中にそのヒーターに供給される平均電力が、本体部の第2半分の成長中にヒーターに供給される平均電力より大きい請求項1に記載の方法。

【請求項9】 末端コーン部の成長中にヒーターに供給される平均電力が、本体部の第2半分の成長中にヒーターに供給される平均電力の少なくとも約130%である請求項9に記載の方法。

【請求項10】 チョクラルスキー法に従って、コーン部、本体部、及び第1半分と第2半分とを持つ末端コーン部を連続して持つシリコンインゴットを回転させ、シリコンインゴットを、回転するルツボ内に含まれるシリコン溶融物から引き出す結晶成長工程中の単結晶シリコンインゴットの熱履歴を制御する方法であって、インゴットの本体部を約0.6mm/分を超えない速度でシリコン溶融物から引き出し、

インゴットの末端コーン部を、その末端コーン部の長さの第1半分中は、0.6mm/分を超えない速度でシリコン溶融物から引き出すことを特徴とする方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、チョクラルスキー法による単結晶シリコンの製造に関する。具体的には、本発明は、結晶が成長する時の結晶の熱履歴を制御する方法に関する。

10 【0002】

【従来の技術】半導体電子部品のほとんどの制作工程で出発材料となる単結晶シリコンは、通例、いわゆるチョクラルスキー法によって製造される。この方法では、多結晶性シリコン（「ポリシリコン」）をルツボに入れて溶融し、種結晶をその溶融シリコンと接触させて、ゆっくりした引き抜きによって単結晶を成長させる。結晶成長が始まると、種結晶を融解物と接触させる熱衝撃から結晶内に転位が発生する。転位は、種結晶と結晶本体部の間の首状（ネック）領域で転位を排除しないかぎり、成長する結晶全域に広がり、増加する。

20 【0003】転位を首状部で排除した後、引上げ速度及び/又は溶融温度を下げることによって、所望の若しくは目標の直径に達するまで、結晶の直径を拡大する。次に、減少する溶融物面について補正しながら、引上げ速度と溶融温度を制御することによって、ほぼ一定の直径を持つ結晶の円柱状の本体部を成長させる。典型的な場合、結晶本体部の成長中の引上げ速度は、約0.40mm/分から約1.50mm/分までの間である。

30 【0004】結晶の尾端にすべり転位を引き起こしうる熱衝撃を最小限に抑えるために、成長過程の終わり近く、ただし、ルツボから溶融シリコンがなくなる前に、結晶直径を徐々に減少させて、末端コーン部を形成させなければならない。典型的には、結晶引上げ速度とルツボに供給する熱量を増大させることによって、末端コーン部を形成させる。直径が十分に小さくなったら、転位を発生させることなく、結晶を溶融物から分離できる。結晶をシリコン溶融物から分離する時点で、従来の結晶引上げ速度は、本体部の成長中に使用する平均結晶引上げ速度より約7倍大きい。

40 【0005】最近になって、単結晶シリコン中のいくつかの欠陥が、凝固後、結晶の冷却中に、結晶成長室内で生じることと、そのような欠陥の形成が結晶の冷却速度に依存することがわかった。冷却速度を変えると、欠陥濃度が変化する。これらの欠陥と、結晶全域におけるこれらの欠陥の均一性は、電子デバイスの制作にとって、その重要性がどんどん増しつつある。というのは、これらの欠陥は、複雑で高度に集積した回路の生産における、材料の歩留まりを著しく損なうからである。

50 【0006】提唱されている一つの解決策は、欠陥の形成後にそれらを消滅させることである。このような欠陥

減少法は、一般に、ウェハ形態のシリコンの高温熱処理に依る。具体的に必要とされる処理は、結晶中の欠陥濃度とその位置によって変動する。欠陥の軸方向濃度が不均一な結晶から切断した異なるウェハは、それぞれ異なる成長後処理を必要とするだろう。しかし、この解決策は比較的経費がかかり、結晶中に金属不純物を持ち込む可能性がある。さらにこの方法は、全ての結晶関連欠陥に（特に結晶の尾端の欠陥に）普遍的に有効なわけではない。

【0007】提唱されているもう1つの解決策は、欠陥核形成速度に影響を与えることによって、結晶成長中に欠陥の密度を減少させることである。例えば米国特許第5,248,378号（Oda）は、1150℃以上の温度範囲でより長い滞留時間を持つ結晶を成長させることによって、欠陥を減じ、酸化膜絶縁破壊強度を改良するために、成長室内に熱絶縁体（もしくはヒーター）を使用することを提案している。しかし、この方法には成長室の改修が必要であり、これらの改修は結晶引上げ装置内の汚染源ともなりうる。

【0008】また他の技術者は、結晶の定直径部分の成長中の引上げ速度を、約0.4mm/分未満の値に減速することを提案している。しかし、この提案は十分に満足できるものではない。なぜなら、引上げ速度がかなり遅く、各結晶引上げ装置あたりの処理量が減少するからである。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明のいくつかの目的と特徴には、次に挙げるものが含まれる：単結晶シリコンの熱履歴を制御する方法の提供；単結晶シリコン

（好ましくは主要な内在性の点欠陥が空格子である単結晶シリコン）中の欠陥の均一性を制御する方法の提供；ウェハ形態のシリコンの高温熱処理または多種類の高温熱処理を必要としない上記方法の提供；結晶引上げ装置の大幅な改修を必要としない上記方法の提供；結晶本体部の成長中の引上げ速度を減速することによって処理量を著しく損なうことのない上記方法の提供；結晶の冷却速度を結晶引上げ装置内で制御することによって、結晶本体部の熱履歴の均一性を改良する上記方法の提供；約950℃以上の温度における結晶引上げ装置内での結晶の滞留時間を制御することによって、結晶本体部の熱履歴の均一性を改良する上記方法の提供。

【0010】

【課題を解決しようとする手段】したがって簡単に述べると、本発明は、チョクラルスキー法による、均一な熱履歴を持つ単結晶シリコンの製造法に関する。この製造法では、シリコン結晶を、本体部の成長中だけでなく、結晶の末端コーン部の成長中にも、比較的一定な速度でシリコン溶融物から引き出す。比較的一定な速度は、例えば（i）末端コーン部の成長中のルツボと結晶の回転速度を、結晶本体部の成長中のルツボ及び結晶の回転速

度より遅くすること、及び／又は（ii）末端コーン部の成長中にシリコン溶融物を加熱するために使われるヒーターに供給する電力を、末端コーン部成長中に従来供給されていた電力よりも増大させることによって達成できる。このような工程変数の追加調節は、独立して若しくは組み合わせて行ってもよい。

【0011】さらに本発明は、チョクラルスキー成長型結晶中の欠陥（特にフローパターン（flow pattern）欠陥と酸素析出）の形成と均一性を制御する方法に関する。この方法では、結晶の実質上全本体部について、約950℃～約1100℃の温度範囲での冷却速度と滞留時間を比較的均一に維持するように、結晶引上げ速度を制御する。これらの要因は、例えば、末端コーン部成長中の平均結晶引上げ速度を、本体部の成長中に使用する平均結晶引上げ速度に近い値に維持することによって、制御できる。

【0012】本発明の他の目的と特徴のうち、あるものは以下の記述から明らかになり、またあるものは以下に指摘する。

【0013】

【発明の実施の形態】本発明の方法は、結晶本体部の実質上全域にわたって均一な熱履歴を持つチョクラルスキー単結晶シリコンを有利に製造する。この方法では、結晶成長中の結晶引上げ速度を比較的一定に保ち、必要であれば、結晶とルツボの回転速度及び／又はヒーターに供給する電力を調節することによって、約950℃以上の温度における成長結晶（as-grown crystal）の冷却速度と滞留時間を制御する。この方法によって成長させた結晶は、結晶（特に第2半分又は尾端）の欠陥（フローパターン欠陥や酸素析出など）の軸方向の濃度が比較的均一である。このような均一性は、他の利点のなかでもとりわけ、不均一結晶に伴う成長後処理の問題や費用を減じることができる。

【0014】図1に、シリコン単結晶インゴットをチョクラルスキー法で製造するための結晶引上げ装置10を示す。この結晶引上げ装置10は、黒鉛受器13に包まれ、水冷ステンレス鋼成長室14に内包された溶融シリカルツボ12を有する。ルツボ12は、多結晶性シリコン溶融物16を保持する。シリコン溶融物は、固形多結晶性シリコン（図示していない）をルツボ12に加えることによって、供給される。その固形シリコンを、ルツボ12を取り巻くヒーター18から供給される熱によって溶融する。ルツボ内の熱を保持するため、ヒーター18は絶縁体20で囲まれている。

【0015】単結晶シリコン種結晶24をその下末端に支える結晶引上げ軸またはワイヤ22を、シリコン溶融物16上に配置する。その種結晶を溶融シリコン16中に下げるにつれて、種結晶が融け始める。熱平衡後、引上げワイヤ22を引き込めて、溶融シリコン16から種結晶24を引き出す。種結晶24が引き出されるにつれ

て、溶融物 16 上で、溶融物からの液体シリコンが種結晶の周りで単結晶に凝固する。形成した単結晶がふら下がっている引上げワイヤ 22 は、回転しながら連続的に引き込められ、従来のチョコラルスキー法のように実質上円柱形の結晶 26 が形成される。結晶の首状領域 25 が形成した後、引上げ速度を減少させて、外側にフレアした領域 28 (通例、結晶のコーン部と呼ばれる) を作る。所望の直径が得られたら、引上げ速度と他の成長条件を制御して、結晶 26 の種結晶コーン部 28 と末端コーン部 30 の間の本体部 29 に、実質上連続的な直径を与える。

【0016】単結晶 26 を引上げしながら、軸 31 によってルツボ 12 を結晶 26 の回転とは反対の方向に回転させる。結晶が成長するにつれて、シリコン溶融物の消耗分を補うために、ルツボ 12 を成長室 14 内で上昇させる。溶融物が枯渇しそうになったら、結晶直径を減じて結晶 26 の円錐形の末端コーン部 30 が生成するように、工程変数を調節する。末端コーン部 30 の直径が十分小さく (一般的には 2~4 mm) になったら、結晶の本体部に転位を広げることなく、シリコン溶融物から結晶 26 を分離できる。次に、単結晶インゴット 26 を成長室 24 から取り出し、加工してシリコンウエハを作る。

【0017】成長結晶の各凝固部分は、成長過程でそれがシリコン溶融物とルツボから引き上げられるにつれて冷え、結晶内に軸方向の温度勾配を作る。溶融物界面にある結晶の凝固部分は、約 1412℃ の温度を持つ。早く成長した結晶部分ほど、低い温度を持つ。例えば、公称直径 200 mm 結晶の場合、結晶をシリコン溶融物から分離した直後の温度勾配は、末端コーン部先端の約 1412℃ から種結晶コーン部の約 750℃ 未満までにわたる。しかし、いったん溶融物から分離すると、結晶はもはやルツボとシリコン溶融物から伝導熱を直接受けることがなくなり、成長過程中よりもさらに迅速に冷える。

【0018】結晶の軸方向の温度勾配は、結晶の各凝固部分が溶融物から引き上げられた後に冷える速度に依存する。定直径結晶の場合、この冷却速度は、主として結晶引上げ速度とヒーターに供給される電力とに依存する。これより程度は低いが、冷却速度は、結晶及びルツボの回転速度と利用できる結晶引上げ速度範囲との関係から、結晶とルツボの回転速度にも依存する。成長過程の全域にわたって一定の結晶引上げ速度と一定の電力供給を想定すると、成長中の結晶は比較的一定な速度で冷える。

【0019】しかし従来、引上げ速度は比較的一定な速度には維持されない。結晶成長開始時の結晶引上げ速度は、約 1.00 mm/分~約 1.50 mm/分である。結晶の成長が進行するにつれて、結晶引上げ速度は約 0.45 mm/分~約 1.25 mm/分に減速される。結晶本体部の第 2 半分の成長中は、引上げ速度は一般に、ほとんどのチョコラルスキー成長結晶で、約 0.45 mm/分~約 1.0

0 mm/分の範囲にある。例えば、200 mm 直径結晶の本体部の第 2 半分の成長中の引上げ速度は、通例、約 0.45 mm/分~約 0.55 mm/分の範囲であり、約 0.50 mm/分~約 0.55 mm/分の平均成長速度を伴う。しかし引上げ速度は、他の変数に依存しないわけではない。例えば、概して、結晶直径、投入量及び引上げ装置サイズが増大するにつれて、引上げ速度は減少する。

【0020】従来のチョコラルスキー成長型シリコンの場合、末端コーン部の成長中に使用される結晶引上げ速度は、本体部の成長速度とはかなり異なる。末端コーン部成長中の結晶引上げ速度は、本体部の第 2 半分の成長中に使用される結晶引上げ速度よりかなり加速される。最終的に末端コーン部をシリコン溶融物から分離する時点では、結晶引上げ速度は一般に約 4.00 mm/分以上である。従来の末端コーン部成長中の平均結晶引上げ速度は、通例、約 1.50 mm/分である。その結果、結晶の下部については、冷却速度がかなり速くなり、約 950℃ と約 1100℃ の間の温度における滞留時間が短くなる。図 2~6 に、従来法と本発明による場合の、結晶引上げ速度、結晶及びルツボの回転速度ならびに電力の典型値を示す。図 7 は、本発明に従って引上げた代表的結晶の断面図であり、その結晶の温度特性を表している。

【0021】結晶の異なる部分に関するこの冷却速度と滞留時間の変動は、結晶の本体部 (特に本体部の第 2 半分) に、フローパターン欠陥濃度と酸素析出物濃度の、対応する軸方向の変動をもたらす。結晶におけるフローパターン欠陥と酸素析出物の形成は、約 1100℃ ~ 約 950℃ の温度範囲で起こり、結晶の冷却速度に依存する。フローパターン欠陥は、主として、内在性の点欠陥 (これは主として割込みでなく空格子である) を持つシリコン結晶における問題である。デバイスの性能と歩留まりは、これらの欠陥の均一性と濃度に依存する。

【0022】結晶の温度が約 1100℃ まで下がると、結晶の空格子濃度が臨界過飽和に達し、フローパターン欠陥が形成し始める。これらのフローパターン欠陥は個々の空格子点の集団であり、結晶が約 950℃ まで冷えた時に、他の空格子点を引き付け、集める「シンク」として作用する。結晶が約 1100℃ から冷え続ける間、フローパターン欠陥の数は実質上一定のままであるが、個々のフローパターン欠陥のサイズは増大しつづける。この温度範囲では、最も有利なエネルギー状態が、このようなフローパターン欠陥の形成に有利に働く。結晶の温度が約 950℃ 未満に下がると、空格子点の密度とフローパターン欠陥のサイズにさらなる変化は起こらなくなる。しかし、結晶の一部の温度が約 950℃ と約 1100℃ の間に維持される限り、そのような空格子点が集合してフローパターン欠陥になるので、その部分の空格子点の密度は減少し続ける。したがって、溶融物から引き上げられた後、結晶が迅速に冷えるほど、空格子点の

密度が高くなる。結晶の各部分の冷却速度が均一でなければ、その結晶全域のこれらの欠陥の密度も均一でなくなる。

【0023】空格子点の密度は、酸素析出挙動にも影響を与える。一般に、空格子点の密度が減少するにつれて、結晶中の酸素クラスターの形成速度が減少する。結晶冷却速度が十分に遅ければ、空格子点の大部分は、酸素析出挙動に著しい影響を与えないフローパターン欠陥への変換によって、結晶から除去される。少なくとも、このような空格子点かもはや酸素クラスターの形成に著しい影響を与えないレベルにまで、空格子点を減少させることができる。

【0024】従来法で成長させた結晶におけるフローパターン欠陥と酸素析出物の軸方向濃度は、一般に、かなりの変動を示す。結晶の中央部分の濃度は適度に均一であるが、種結晶端と尾端の濃度はそうではない。末端コーン部成長中に引き上げ速度を増大させると、尾端の冷却が速くなり、尾端中の酸素析出物濃度の増大が起こる。

【0025】種結晶端の不均一性は、一般に、結晶の成長後高温熱処理によって除去できる。この処理は通例、約900℃～約1000℃の温度におけるウエハ・アニーリング（焼きなまし）からなる。尾端の不均一性を高温熱処理によって矯正しようというこれまでの試みは、満足できるものではなかった。尾端中の酸素析出物は、種結晶端の酸素析出物ほど容易には再溶解しない。したがって、ウエハ・アニーリングは約1000℃～1200℃で行われる。このアニーリングは、結晶中の不均一性を除去するのに完全に有効なわけではない。これは、結晶中に金属汚染やすべり転位などの他の問題をも持ち込む。

【0026】対照的に、改良法では、結晶が約950℃と約1100℃の間の温度で冷却するときに、比較的一定な冷却速度と滞留時間を維持することによって、結晶の本体部に対する尾端の有意な不均一性が除去または最小化される。改良法を用いると、末端コーン部成長中の平均結晶引き上げ速度を、本体部の第2半分の成長中に使用する結晶引き上げ速度と同等な速度に維持することによって、本体部の第2半分に関する冷却速度が比較的均一になる。比較的一定な結晶引き上げ速度ゆえに、結晶本体部の各部分は、約950℃と約1100℃の間の温度で同等な冷却速度と滞留時間を持つ。引き上げ速度は必要な精密さで制御できる。結晶の熱履歴に関して望まれる均一性が高いほど、より精密に引き上げ速度を制御する。

【0027】本体部の第2半分の各セグメントに関する約950℃と約1100℃の間の温度における平均冷却速度と滞留時間の変動が、本体部の第2半分の他のセグメントと比較して約50%を超えないければ、成長後処理の問題が最小限に抑えられ、本体部の第2半分の結晶均一性が一般に、許容できる限界内に収まることがわかった。この変動は約35%を超えないことが好ましく、約

20%を超えないことがより好ましく、約5%を超えないことがさらに好ましい。この変動は、約5%を超えないことが最も好ましい。比較した冷却速度と滞留時間の絶対値は、使用する結晶引き上げ装置、結晶直径及び他の変数によって、変動するだろう。しかし、本発明によって絶対値は限定されない。むしろ、絶対値間の相対的相違が重要な問題である。さらに、結晶の均一性に関して許容できる変動は、その結晶を何に应用するか依存するだろう。比較的厳密な均一性を要求する応用もあるし、それより均一性が低くても構わない応用もある。

【0028】本発明方法では、結晶の成長速度を制御することによって、結晶の各セグメントについて所望の冷却速度と滞留時間を得る。本発明の一態様として、シリコン結晶本体部の第2半分を速度 R_1 でシリコン溶融物から引き出す（ここに R_1 は、時間の関数としての結晶本体部の第2半分に関する平均成長速度である）。例えば、60kgの投入量を含む直径18インチのルツボから引き上げられる公称直径200mmの本体部の R_1 は、（図6に例示するように）約0.45mm/分から約0.55mm/分の範囲である。本体部の成長が完了したら、結晶の末端コーン部をシリコン溶融物から速度 R_2 で引き出す（ここに R_2 は、時間の関数としての末端コーン部に関する平均成長速度である）。 R_1 に対する R_2 の比率は、約0.50から約1.50までの範囲にある。この比率は、約0.65～約1.35であることが好ましく、約0.80～1.20であることがより好ましく、約0.90～約1.10であることがさらに好ましい。この比率は、約0.95～約1.05であることが最も好ましい。

【0029】実施例1及び2に記載の工程条件下での末端コーン部成長中の結晶引き上げ速度の典型的な値は、一般に、約0.45mm/分から約1.25mm/分までの範囲である。末端コーン部に関する典型的な平均成長速度は、約0.45mm/分から約0.75mm/分である。約0.45mm/分～約0.65mm/分の結晶引き上げ速度が好ましく、約0.45mm/分～約0.65mm/分の結晶引き上げ速度がより好ましい。より大きい結晶直径の場合は、これらの典型的引き上げ速度値がそれなりに低くなる。

【0030】この工程をさらに精密にするために、他の3つの一次的工程変数を、個別に若しくは組み合わせて調節してもよい。末端コーン部の成長中にヒーターに供給される平均電力を、本体部の第2半分の成長中に供給される平均電力より増大させてもよい。従来法における末端コーン部の成長中は、供給電力の限定された増加が、末端コーン部の成長中に起こる。例えば、既に議論した公称直径200mm結晶の本体部の成長中にヒーターに供給される電力は、約90kWと約100kWの間に維持される。次いで、従来の末端コーン部成長中には、総増加量約10.5kWで、ほぼ線形に電力が増やされる。本発明のこの第1態様では、末端コーン部成長中の平均

電力を従来の値に維持する。

【0031】加えて、末端コーン部の成長中に、結晶とルツボの回転速度を調節してもよい。本体部の成長中の結晶回転速度とルツボ回転速度は、一般に、それぞれ約 10 rpm から約 15 rpm の間、約 5 rpm から約 10 rpm の間に維持される。本発明のこの第 1 態様では、結晶とルツボの回転速度を、末端コーン部成長中の各平均速度が本体部成長中の結晶及びルツボの平均回転速度を下回るように調節する。末端コーン部成長中の結晶回転速度が約 10 rpm 未満であり、かつ／または、末端コーン部成長中のルツボ回転速度が約 6 rpm 未満であることが好ましく、結晶とルツボの回転速度を下向きに傾斜させることがより好ましい。結晶とルツボの回転速度を、それぞれ約 10 rpm から約 5 rpm へ、ならびに約 6 rpm から約 1 rpm へ、下方に傾斜させることが最も好ましい。

【0032】本発明の第 2 の態様として、結晶引き上げ速度と、 R_1 に対する R_2 の比は、本発明の第 1 態様で規定した通りに制御するが、他の変数には異なる制御を施す。末端コーン部の成長中の結晶とルツボの平均回転速度を、本体部の第 2 半分の成長中に維持される平均速度に対して変化させない。その代わり、ただ一つ調節される追加の一次変数は、末端コーン部の成長中にヒーターに供給される平均電力である。この平均電力は、本体部の第 2 半分の成長中にヒーターに従来通り供給される平均電力より増やされる。例えば、上に議論した公称直径 200 mm の結晶上の末端コーン部の成長中にヒーターに供給される電力は、末端コーン部の成長中に、総増加量約 20 kW で、ほぼ線形に増やされる。末端コーン部成長中の平均電力は、本体部の第 2 半分の成長中にヒーターに供給される平均電力の少なくとも 110% まで増大させることが好ましく、末端コーン部成長中の平均電力を、本体部の第 2 半分の成長中にヒーターに供給される平均電力の約 120% まで増大させることが、より好ましい。末端コーン部成長中の平均電力を、本体部の第 2 半分の成長中にヒーターに供給される平均電力の約 130% まで増大させることが、最も好ましい。この工程に必要な平均電力は、部分的に、結晶の直径に依存する。結晶の直径が増大するほど、必要な電力も増大する。

【0033】本発明のさらにもう 1 つの態様として、末端コーン部の第 1 半分の成長中の平均引き上げ速度は結晶本体部の第 2 半分の成長中の平均引き上げ速度と実質的に同じである。結晶本体部の第 2 半分全体の成長中の引き上げ速度を、0.6 mm/分を超えない平均速度に維持することが好ましい。加えて、本体部の長さの最後の 10% では、引き上げ速度を約 0.4 mm/分まで減速する。本体部の成長が完了した後、末端コーン部の長さの第 1 半分の成長中は、0.6 mm/分を超えない引き上げ速度で、末端コーン部を成長させる。末端コーン部の長さの第 1 半分が成長し終えたら、0.6 mm/分以上若しくは 0.6 mm/分以下の値に、引き上げ速度を調節してもよい。

【0034】以下の実施例に例示するように、本発明の方法を用いることによって、シリコン単結晶の熱履歴をより精密に調節することができる。引き上げ速度をより精密に一定速度に維持するほど、結晶の熱履歴はより均一になる。下記の実施例に、所望の結果を達成するために使用できる数組の条件を説明する。単結晶公称直径、ルツボ直径及び投入量のようなパラメーターに応じて、結晶とルツボの回転速度及びヒーターに供給する電力を、末端コーン部成長中の数点で、さらに調節することが望ましいだろう。図 8 ~ 11 と同様のデータは、他の結晶直径、軸長、ルツボ回転速度、結晶回転速度、結晶引き上げ速度及びヒーター電力についても得ることができ、そこから、結晶に所望の熱履歴を与えるための結晶回転速度とルツボ回転速度の傾斜プログラムを導き出すことができる。このような態様は、末端コーン部成長の開始時点の値と比べて、回転速度が減少し、電力が増大する限り、本発明の範囲に含まれる。

【0035】以下の実施例は本発明の実例である。

【0036】

【実施例】

実施例 1

Leybold 結晶引き上げ装置を用いて、投入量 60 kg のポリシリコンを含有する直径 18 インチのルツボから、シリコン単結晶（公称直径 200 mm、公称長 600 mm）を引き上げた。結晶本体部の第 2 半分の成長中の引き上げ速度は、約 0.50 mm/分から約 0.75 mm/分までの間に維持した。本体部の成長中は、結晶とルツボの回転速度を、それぞれ約 10 rpm ~ 約 15 rpm、約 5 rpm ~ 約 10 rpm に維持した。本体部成長中、ヒーターに供給する電力は、約 90 kW から 100 kW までの間に維持した。

【0037】末端コーン部の成長中は、結晶引き上げ速度を約 0.50 mm/分と約 0.75 mm/分の間に維持し、ヒーターに供給する電力を、本体部の第 2 半分の成長中に供給した平均電力より徐々に増大させた。電力は、総増加量が約 10.5 kW になるように、ほぼ線形に増大させた。加えて、結晶とルツボの回転速度を、それぞれ約 10 rpm から約 5 rpm へ、ならびに約 6 rpm から約 1 rpm へ、徐々に減少させた。末端コーン部を首尾よく成長させ、シリコン溶融物から分離した。末端コーン部成長中の結晶引き上げ速度、結晶回転速度、ルツボ回転速度及びヒーター電力の具体的値を、図 8 及び図 9 に要約する。

【0038】実施例 2

Leybold 結晶引き上げ装置を用いて、投入量 60 kg のポリシリコンを含有する直径 18 インチのルツボから、シリコン単結晶（公称直径 200 mm、公称長 600 mm）を引き上げた。結晶本体部の第 2 半分の成長中の引き上げ速度は、約 0.50 mm/分から約 0.75 mm/分までの間に維持した。本体部の成長中は、結晶とルツボの回転速度を、それぞれ約 10 rpm ~ 約 15 rpm、約 5 rpm ~ 約 10 rpm に維持した。本体部成長中、ヒーターに供給する電力

は、約90 kWから100 kWまでの間に維持した。

【0039】末端コーン部の成長中は、結晶引上げ速度を約0.50 mm/分と約0.75 mm/分の間に維持し、結晶とルツボの回転速度を、それぞれ約10 rpmと約6 rpmに維持した。ヒーターに供給する電力は、本体部の第2半分の成長中に供給した平均電力から徐々に増大させた。電力は、総増加量が約20 kWになるように、ほぼ線形に増大させた。末端コーン部を首尾よく成長させ、シリコン溶融物から分離した。末端コーン部成長中の結晶引上げ速度、結晶回転速度、ルツボ回転速度及びヒーター電力の具体的値を、図10及び図11に要約する。

【0040】実施例3

Ferrofluidics結晶引上げ装置を用いて、投入量100 kgのポリシリコンを含有する直径22インチのルツボから、シリコン単結晶（公称直径200 mm、公称長700 mm）を引き上げた。結晶成長中の結晶引上げ速度を図12に示す。結晶の250 mm～700 mm部分の成長中は、引上げ速度の平均が約0.65 mm/分だった。結晶のこの部分の成長中は、結晶とルツボの回転速度が、それぞれ約11 rpm～約14 rpm及び約6 rpm～約9 rpmであった。結晶のこの部分の成長中は、ヒーターに対する供給電力を約140 kW～約200 kWの間に維持した。シリコン溶融物と接触している時のこの結晶の軸方向の温度特性を図13に示す。

【0041】結晶の長さが約700 mmになった時、末端コーン部の成長を開始した。末端コーン部の成長中は、結晶引上げ速度を約0.58 mm/分に維持した。末端コーン部の成長中は、結晶とルツボの回転速度を、それぞれ約12 rpmと約8 rpmに維持した。ヒーターに対する供給電力を、本体部の第2半分の成長中に供給した平均電力から徐々に増大させた。電力は、総増加量が約20 kWになるように、ほぼ線形に増大させた。

【0042】次に、この結晶の本体部の縦切片を、800℃で4時間の後、1000℃を超える温度で16時間という析出サイクルを用いて、アニーリングした。この縦切片をFTIR分光法で調べることによって、析出した酸素の量を決定し、30分間のセッコ腐食（Secco etch）によって、結晶全域のフローパターン欠陥密度を決定した。図15は、析出した酸素の量と、その縦軸方向の変動を、結晶全域について示したグラフである。図17は、フローパターン欠陥の密度と、密度の縦軸方向の変動を、結晶全域について示したグラフである。

【0043】比較例1

Ferrofluidics結晶引上げ装置を用いて、投入量100 kgのポリシリコンを含有する直径22インチのルツボから、従来法で、シリコン単結晶（公称直径200 mm、公称長1000 mm）を引き上げた。結晶成長中の結晶引上げ速度を図18に示す。結晶の250 mm～900 mm部分の成長中は、引上げ速度の平均が約0.55 mm/分だった。結晶のこの部分の成長中は、結晶とルツボの回転速

度が、それぞれ約12 rpm～約15 rpm及び約6 rpm～約9 rpmであった。結晶のこの部分の成長中は、ヒーターに対する供給電力を約150 kW～約200 kWの間に維持した。シリコン溶融物と接触している時のこの結晶の軸方向の温度特性を図13に示す。

【0044】約1100℃と約950℃に相当するこの結晶の軸方向の位置は、溶融物界面からそれぞれ約170 mm上と約250 mm上だった。したがって、この結晶中のフローパターン欠陥に関する成長領域は、軸方向に約80 mmの長さを持っていた。平均引上げ速度が約0.55 mm/分であることから、この結晶の250 mmから750 mmまでの部分は、約950℃から約1100℃までの温度範囲に約145分間の滞留時間を持ったことになり、この温度範囲における平均冷却速度は約1.03℃/分だったことになる。

【0045】結晶の長さが約1000 mmになった時、300 mmの末端コーン部の成長を開始した。この時点で、約1100℃と約950℃の温度に相当する結晶の軸方向の位置は、それぞれ約830 mm位置（溶融物界面より約170 mm上）と750 mm位置（溶融物界面より約250 mm上）だった。結晶引上げ速度が結晶の約1075 mm位置で約0.6 mm/分の速度に達するまで、溶解引上げ速度を一樣に増大させた。この時点で、約1100℃と約950℃の温度に相当する結晶の軸方向の位置は、それぞれ約905 mm位置（溶融物界面の約170 mm上）と約825 mm位置（溶融物界面の約250 mm上）だった。次に、結晶引上げ速度が結晶の約1150 mm位置で約0.8 mm/分の速度に達するまで、結晶引上げ速度を一樣に増大させた。この時点で、約1100℃と約950℃の温度に相当する結晶の軸方向の位置は、それぞれ約980 mm位置（溶融物界面の約170 mm上）と約900 mm位置（溶融物界面の約250 mm上）だった。

【0046】したがって、平均引上げ速度が約0.70 mm/分であることから、約900 mmにある結晶部分は、約950 mmから約1100℃までの温度範囲に約115分間の滞留時間を持ったことになり、この温度範囲における平均冷却速度は約1.30℃/分だったことになる。全体的にみて、この結晶の750 mmから900 mmまでの部分に関する滞留時間は、実施例3で成長させた結晶の尾端部分に関する滞留時間より約20%短かった。結晶本体部の残り100 mmに関する滞留時間は、結晶のこの部分が950℃まで冷える間に引上げ速度を加速し続けたため、さらに短い。

【0047】末端コーン部の成長中は、結晶とルツボの回転速度を、それぞれ約8 rpm～約12 rpmと約4 rpm～約10 rpmに維持した。ヒーターに対する供給電力は、本体部の第2半分の成長中に供給した平均電力から徐々に増大させた。電力は、総増加量が約20 kWになるように、ほぼ線形に増大させた。

【0048】次に、この結晶の本体部の縦切片を、75

0℃で4時間の後、900℃で4時間、続いて1000℃を超える温度で16時間という酸素析出サイクルを用いて、アニーリングした。この縦切片をFTIR分光法で調べることによって、析出した酸素の量を決定し、30分間のセッコ腐食によって、結晶全域のフローバターン欠陥密度を決定した。図14は、析出した酸素の量と、その縦軸方向の変動を、結晶全域について示したグラフである。図16は、フローバターン欠陥の密度と、密度の縦軸方向の変動を、結晶全域について示したグラフである。これらの図からわかるように、本発明に従って成長させた結晶(実施例3)(図15と図17)の方が、従来法で成長させた結晶(比較例1)より、析出酸素量とフローバターン欠陥密度の軸方向の均一性が高い。軸方向の均一性の改良は、結晶本体部の末端部位で特に著しい。従来の結晶の本体部の末端では、一般に析出酸素量とフローバターン欠陥密度の増大が認められるのに対し、本発明に従って成長させた結晶は、これらの結晶欠陥について比較的一貫した値を示す。

【0049】本発明の具体的な例とその応用を説明したが、これらは本発明を網羅または制限するわけではない。これらの実例と説明は、本発明とその原理ならびに実際の応用を他の当業者に熟知してもらうためであり、当業者は、具体的な用途の必要条件に最も適合するように、本発明を様々な形で改良し、応用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の一態様によるチョクラルスキー成長装置の断片図。

【図2】 従来法における公称直径200mm結晶の本体部の成長中の結晶引上げ速度とヒーター電力の典型的な線形モデルを示すグラフ。

【図3】 従来法における公称直径200mm結晶の本体部の成長中のルツボと結晶の回転速度の典型的な線形モデルを示すグラフ。

【図4】 従来法における公称直径200mm結晶の末端コーン部の成長中の結晶引上げ速度と漸増的な電力増加の典型的な線形モデルを示すグラフ。

【図5】 従来法における公称直径200mm結晶の末端コーン部の成長中のルツボと結晶の回転速度の典型的な*

*線形モデルを示すグラフ。

【図6】 従来法及び改良法で引上げた、公称直径200mm結晶に関する結晶引上げ速度の線形モデルを示すグラフ。

【図7】 シリコン溶融物から分離した直後の結晶の温度特性を示す、新しい方法で引上げた結晶の断面図。

【図8】 本発明の一態様による末端コーン部成長に関して、結晶引上げ速度と漸増的な電力増加の線形モデルを示すグラフ。

10 【図9】 図8と同じ末端コーン部に関して、ルツボと結晶の回転速度の線形モデルを示すグラフ。

【図10】 本発明の一態様による末端コーン部成長に関して、結晶引上げ速度と漸増的な電力増加の線形モデルを示すグラフ。

【図11】 図10と同じ末端コーン部に関して、ルツボと結晶の回転速度の線形モデルを示すグラフ。

【図12】 新しい方法による公称直径200mm結晶の成長中の結晶引上げ速度の線形モデルを示すグラフ。

20 【図13】 新しい方法によって引上げた結晶の、シリコン溶融物と接触している時の軸方向の温度特性を示すグラフ。

【図14】 従来法で成長させた結晶に関して、結晶全域の析出酸素量とその軸方向の変動とを示すグラフ。

【図15】 新しい方法で成長させた結晶に関して、結晶全域の析出酸素量とその軸方向の変動とを示すグラフ。

【図16】 従来法で成長させた結晶に関して、結晶全域のフローバターン欠陥密度と、密度の軸方向の変動とを示すグラフ。

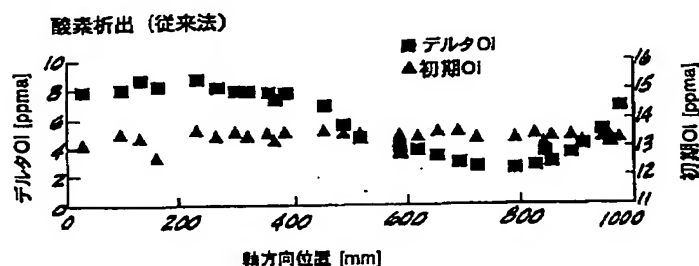
30 【図17】 新しい方法で成長させた結晶に関して、結晶全域のフローバターン欠陥密度と、密度の軸方向の変動とを示すグラフ。

【図18】 従来法における公称直径200mm結晶の成長中の結晶引上げ速度の線形モデルを示すグラフ。

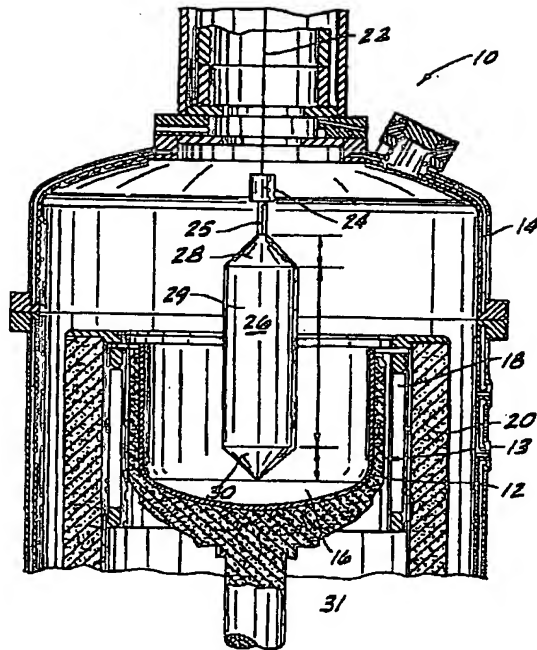
【符号の説明】

10…結晶引上げ装置	12…ルツボ
14…成長室	16…シリコン溶融物
18…ヒーター	26…結晶
30…末端コーン部	

【図14】

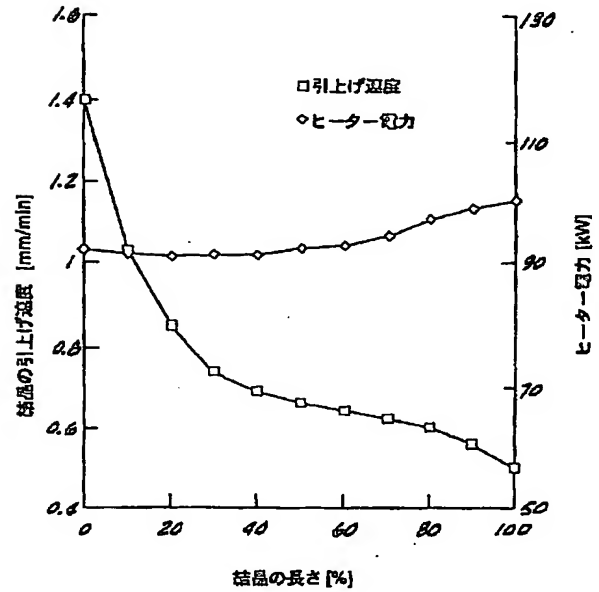


【図1】



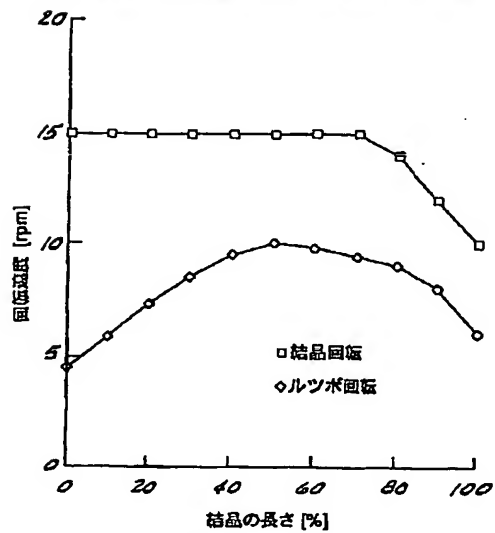
【図2】

本体部成長中の結晶引き上げ速度とヒーター電力（従来法）



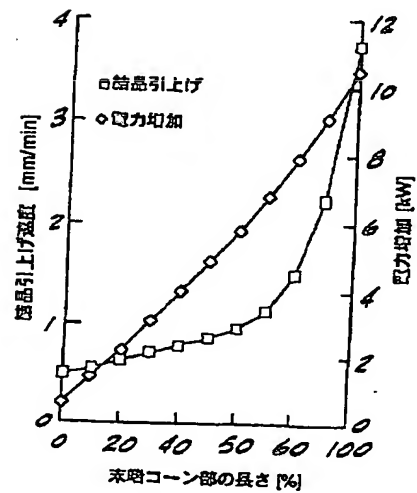
【図3】

本体部成長中の結晶とルツボの回転速度（従来法）

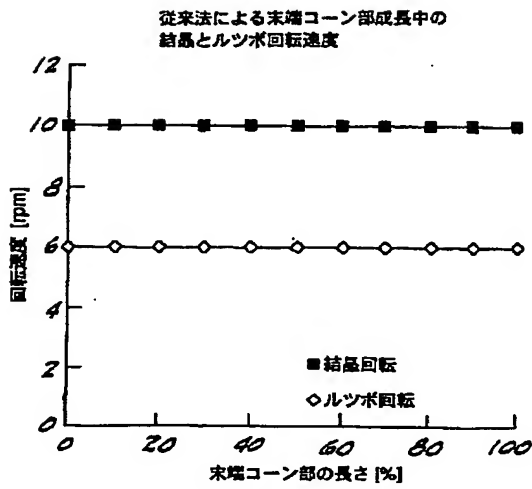


【図4】

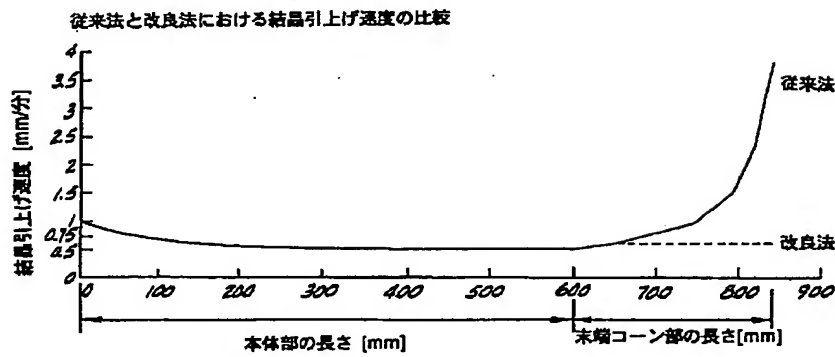
従来法による末端コーン部成長中の結晶引き上げ速度と電力増加



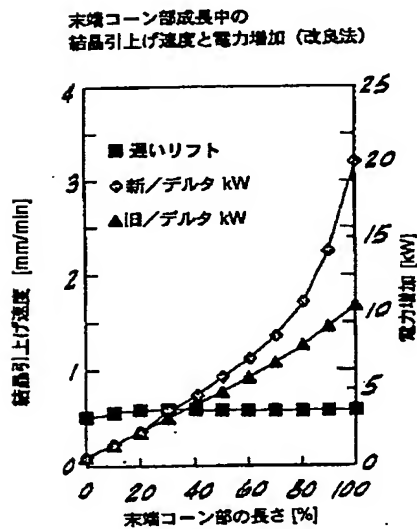
【図5】



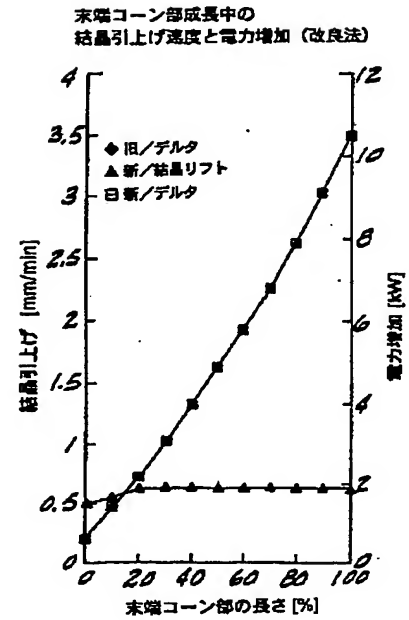
【図6】



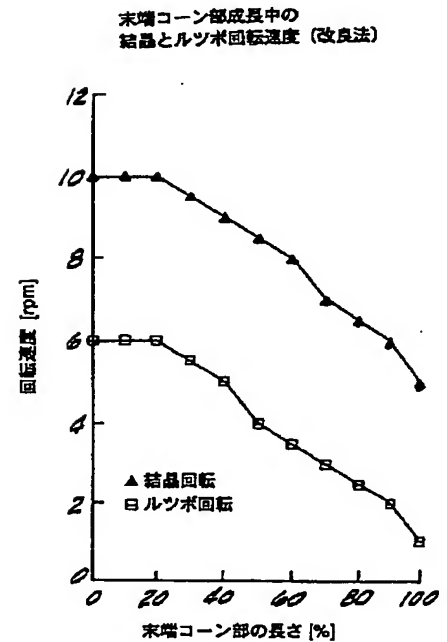
【図10】



【図8】

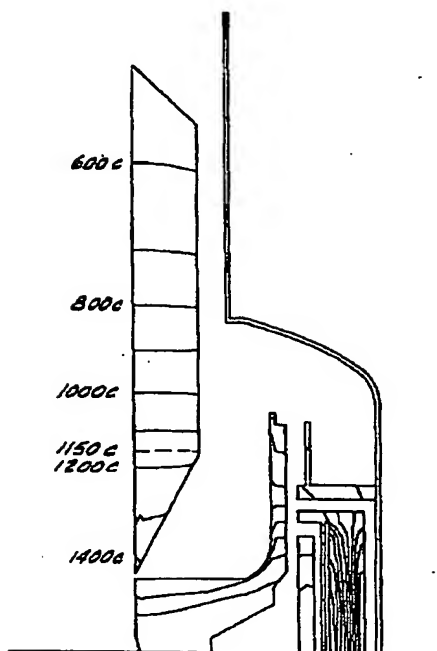


【図9】

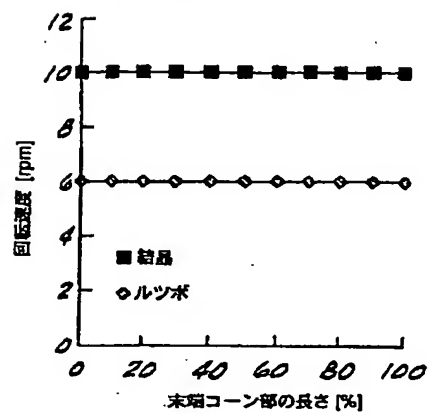


【図7】

溶融物から離した後の結晶温度特性

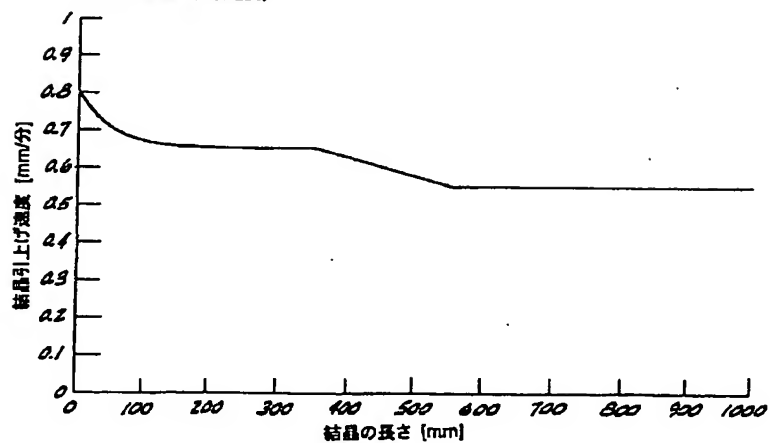


【図11】

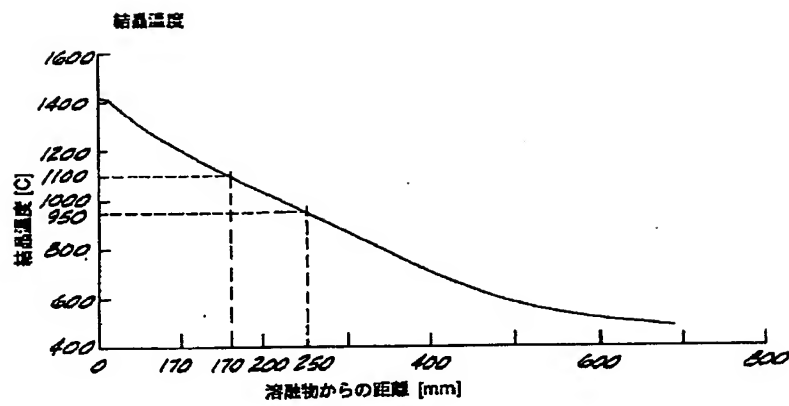
末端コーン部成長中の
結晶とルツボ回転速度 (改良法)

【図12】

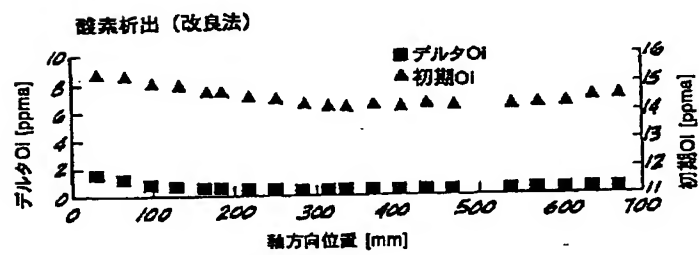
引上げ速度 (改良法)



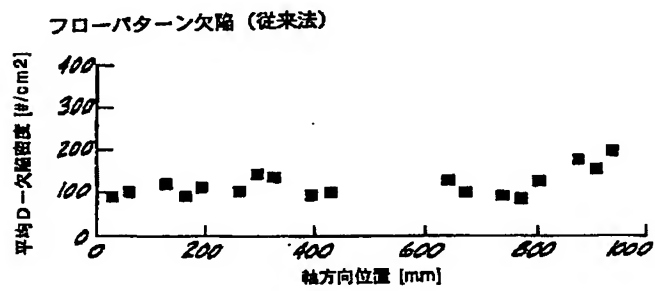
【図13】



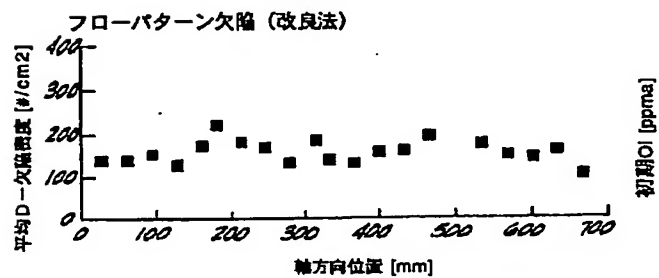
【図15】



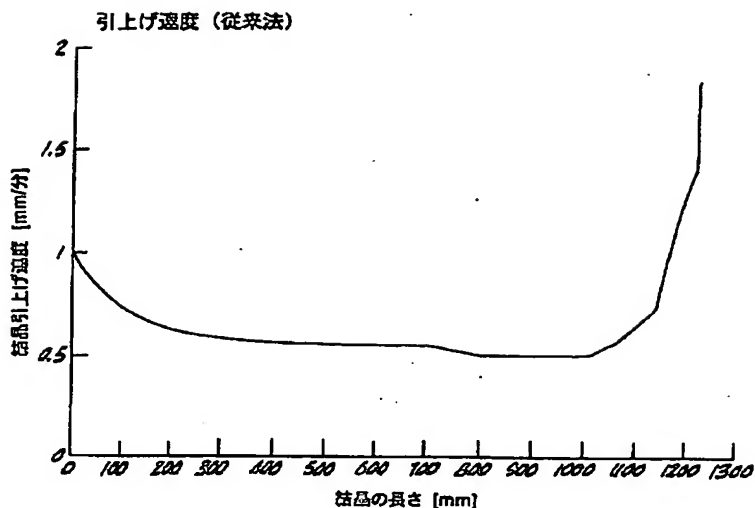
【図16】



【図17】



【図18】



フロントページの続き

(72)発明者 サダシバム・チャンドラセクハー
アメリカ合衆国63017ミズーリ州チェス
ターフィールド、ウエストボロ・サークル・
ドライブ16373番

(72)発明者 ロバート・ジェイ・ファルスター
イタリア20123ミラノ、ピア・カラドッ
ン11番

(72)発明者 ジョゼフ・シー・ホルザー
アメリカ合衆国63021ミズーリ州マンチェ
スター、シュガー・ヒル864番

(72)発明者 キョン・ミン・キム
アメリカ合衆国63304ミズーリ州セント・
チャールズ、ウィットムーア・ドライブ
1199番

(72)発明者 スティーブン・エル・キンベル
アメリカ合衆国63301ミズーリ州セント・
チャールズ、ブルックウッド・サークル
3515番

(72)発明者 ラリー・イー・ドラフォール
アメリカ合衆国63304ミズーリ州セント・
チャールズ、フォックス・ハロー・ドライ
ブ42番

(72)発明者 スルダン・イリック
イタリア39100ボルツァーノ、ピアレ・ド
ウカ・ダオスタ79/8番

This Page Blank (uspto)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

this page blank (uspto)